



Isolasi Nano Selulosa dari Ampas Tebu dengan Proses Blending pada Berbagai Variasi Konsentrasi

Lestari Hetalesi Saputri^{1*}, Romi Sukmawan², Heru Santoso Budi Rochardjo³ dan Rochmadi⁴

^{1*}Program Studi Teknik Kimia, Politeknik LPP, Yogyakarta

²Program Studi Teknik Mesin, Politeknik LPP, Yogyakarta

³Program Studi Teknik Mesin, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

⁴Program Studi Teknik Kimia, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

*E-mail : lestari_h@politeknik-lpp.ac.id

Abstract

This research aimed to create nano cellulose from bagasse by simple method and equipment. Nano cellulose were isolated from bagasse in three distinct stages. Initially, the fibers were treated with 5 wt.% NaOH solution followed by bleaching using 5 wt.% hydrogen peroxide (H_2O_2) in alkali condition (pH 11) to remove hemicelluloses and lignin. Then, cellulosic fibers were mechanically separated by using kitchen blender to produce nano cellulose. FT-IR analysis demonstrated that the treatments could separate gradually of lignin and hemicelluloses from the fiber. FT-IR analysis also indicated a blending result with concentrate of 0.7 wt.% has the highest crystalline structure. This results were also supported by X-ray analysis. X-ray diffraction studies revealed that Nano-cellulose (0.7 wt %) obtained have higher crystallinity (83.75%). The type of cellulose that was formed is cellulose I, as expected. Finally, It could be told that blending by using kitchen blender might be one of an alternative way to produce a nano cellulose.

Keywords: nano cellulose, isolated, bleaching, blending, crystallinity.

Pendahuluan

Ampas tebu merupakan hasil samping dari proses ekstraksi cairan tebu di pabrik gula yang selama ini pemanfaatannya masih terbatas, biasanya digunakan untuk makanan ternak, bahan baku pembuatan pupuk (kompos), *pulp*, *particle board*, dan juga untuk bahan bakar boiler di pabrik gula. Ampas tebu dapat ditingkatkan nilai (*value*) kegunaannya melalui pengolahan lebih lanjut misalnya untuk mendukung pengembangan material yang terbarukan. Hal ini dikarenakan ampas tebu memiliki kandungan selulosa didalamnya, sehingga memungkinkan untuk dijadikan sebagai bahan baku penguat resin polimer.

Proses pengolahan tanaman tebu menjadi gula menghasilkan biomassa produk samping yang jumlahnya sangat besar. Selain menghasilkan gula Kristal, Pabrik Gula (PG) juga menghasilkan produk-produk samping dan limbah yang bila tidak diperlakukan dengan benar akan berdampak negatif terhadap lingkungan. Satu ton tanaman tebu mengandung 10% ampas tebu kering (100 kg), dengan kadar selulosa ampas tebu kering 40% (40 kg). Tahun 2015 total estimasi produksi tebu perkebunan besar negara dan swasta di Indonesia berdasarkan data direktorat jenderal perkebunan 2013-2015 adalah 306.320 ton dan 722.775 ton, atau dengan kata lain total produksi tebu di Indonesia sebesar 1.029.095 ton tanaman tebu dengan hasil samping ampas tebu kering sebesar 102.909,5 ton dan kadar selulosa 41.163,8 ton. Salah satu PG yaitu PT Gunung Madu Plantation yang merupakan industri gula patungan antara swasta asing dan swasta nasional yang berstatus PMA, pada tahun 2014 dan 2015 menggiling tebu sekitar 2.259.379 ton. Dari hasil produksinya, menghasilkan ampas tebu sebanyak 779.832 ton. Ampas tebu ini yang tidak terpakai sebesar 94.123 ton. Jumlah ini akan terus meningkat dengan meningkatnya produksi tanaman tebu di Indonesia. Oleh karena itu, perlu dipertimbangkan untuk pemanfaatan ampas tebu lebih lanjut sehingga dapat meningkatkan nilai kegunaannya, salah satunya yaitu dengan pembuatan nanoselulosa dari ampas tebu.

Nanoserat selulosa (CNF), atau yang sering disebut nano selulosa, dari serat tanaman selama ini masih dilakukan dengan menggunakan peralatan yang relatif mahal, melalui proses ekstraksi yang panjang, dan konsumsi energi yang besar. Untuk mengatasi permasalahan tersebut, maka perlu dikembangkan proses isolasi (pemisahan) serat nanoselulosa dengan biaya yang rendah dan mudah diproduksi agar dapat diaplikasikan di dunia industri. Pada penelitian ini, isolasi nano selulosa dilakukan dengan menggunakan blender rumah tangga. Diharapkan dengan alat yang sederhana ini, akan dapat menghasilkan produk nanoselulosa yang baik untuk bahan baku pembuatan material dan yang terpenting yaitu dengan biaya yang relatif rendah dalam prosesnya.



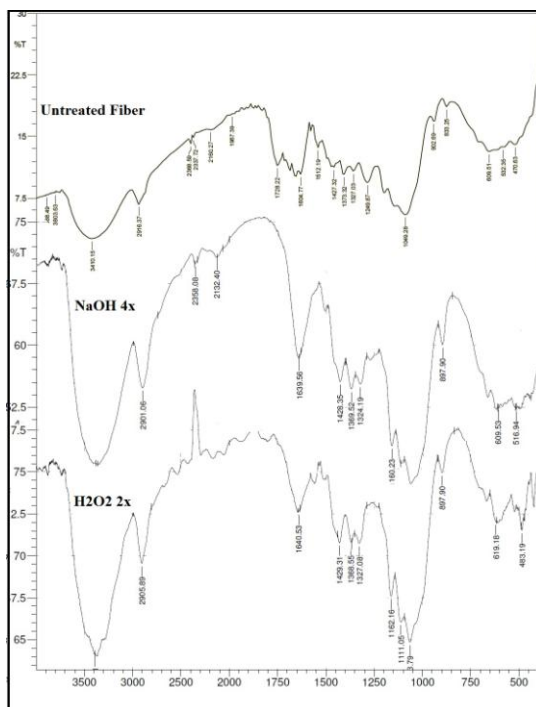
Metode Penelitian

Bahan penelitian antara lain: ampas tebu yang diperoleh dari Pabrik Gula PT Madu Baru, larutan NaOH 5%, aquadest, dan H_2O_2 . Proses isolasi ampas tebu menggunakan waterbath, pengaduk mekanik, blender rumah tangga, *vacuum filter*, pompa vakum, timbangan digital, termometer, gelas beker, filter, saringan *watherman 42* (diameter 12,5 mm), dan ayakan.

Proses isolasi ampas tebu dilakukan dengan terlebih dahulu mengayak ampas tebu sehingga didapatkan ukuran fiber sesuai dengan yang diinginkan. Setelah itu dilakukan serangkaian perlakuan kimia. Serat ampas tebu dicuci dengan aquadest sambil dipanaskan pada suhu 80°C . Setelah itu, dicuci dengan air dingin, barulah kemudian dilakukan proses bleaching dengan Natrium hidroksida (NaOH) 5% pada suhu yang sama yaitu 80°C sambil diaduk selama 3 jam. Tujuan dari proses ini ialah untuk menghilangkan hemiselulosa yang terdapat pada serat. Setelah itu, siapkan campuran 800 ml air suling (air destilasi), Hidrogen Peroxide (H_2O_2) dalam keadaan basa dengan menambahkan NaOH hingga pH 11 kemudian direndam dan diaduk pada 80°C selama 1 jam agar benar-benar menghilangkan lignin yang terdapat pada serat tebu. Setelah setiap perlakuan, serat dicuci dengan air mengalir sampai pH menjadi netral (pH 7). Perlakuan mekanik dilakukan dengan menggunakan blender rumah tangga (*household blender*) PHILIPS HR2096 pada 21.000 rpm. Larutan suspensi dengan berbagai konsentrasi yaitu 0,1; 0,4; 0,7; 1,1; dan 1,5% berat pulp serat ampas tebu dicampur (*diblend*) selama periode waktu 10 menit. Proses isolasi serat ampas tebu menjadi CNF dilakukan di laboratorium bahan Politeknik LPP (TPP). Lembaran seperti kertas diperoleh dengan penyaringan suspensi serat selulosa tebu dengan menggunakan *vacuum filter* milik jurusan Teknik Kimia Universitas Gadjah Mada (TPM) dan kemudian pengeringan pada suhu 70°C semalam di oven pengering listrik. Untuk memastikan perubahan gugus fungsi selulosa dan kandungan kristalinitasnya, maka dilakukan uji karakterisasi dengan menggunakan alat FT-IR dan XRD. Analisis gugus fungsi dilakukan terhadap sampel yang berupa lembaran dengan menggunakan alat FT-IR (*Fourier Transform Infra Red*) merk Shimadzu di Laboratorium ANINS Teknik Kimia, Universitas Gadjah Mada. Sementara analisis derajat kristalinitas dilakukan dengan menggunakan alat XRD (*X-Ray Diffractometry*).

Hasil dan Pembahasan

Proses *bleaching* dan *blending* menghasilkan lembaran-lembaran nano selulosa dengan tingkat ketebalan yang berbeda. Semakin besar konsentrasi, lembaran yang didapatkan semakin tebal. Hasil dari lembaran-lembaran ini kemudian dianalisis dengan FT-IR dan XRD. Hasil analisis spektra ampas sebelum dan setelah *treatment* dengan NaOH dan H_2O_2 ditunjukkan pada gambar berikut:

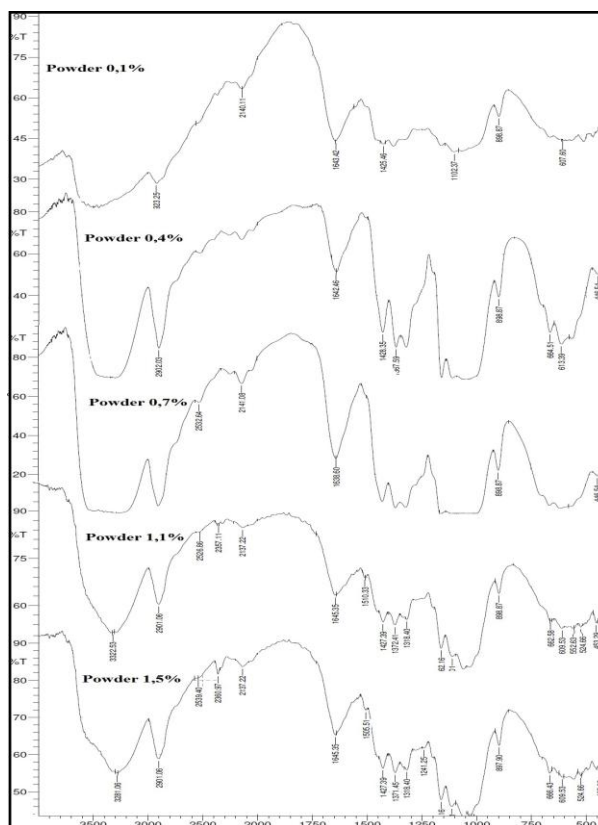


Gambar 1. Spektra Ampas Tebu Sebelum dan Setelah Bleaching

Gambar tersebut memperlihatkan adanya perubahan daerah serapan, baik itu pelebaran, penghilangan atau pergeseran puncak (panjang gelombang). Dengan semakin banyak *treatment*, semakin jelas terlihat perbedaan

spektra yang terbentuk. Spektra *untreated fiber* menunjukkan masih banyak terdapatnya puncak-puncak yang menunjukkan ikatan gabungan antara selulosa, hemiselulosa dan lignin yaitu misalnya pada puncak 1512, 1320 dan 1240 cm^{-1} yang merupakan ciri khas dari struktur lignin, puncak 1728 milik hemiselulosa dan juga puncak 1420, 1370 dan 1160 cm^{-1} yang merupakan puncak ikatan pembentuk struktur selulosa. Setelah *bleaching*, puncak-puncak lignin semakin berkurang *absorbance*-nya, sedangkan puncak-puncak selulosa semakin bertambah nilai *absorbance* dan indeksinya. Perbedaan jelas terlihat pada hilangnya puncak 1512 dan 1240 cm^{-1} pada ampas yang telah melalui proses *pre-treatment* dan *bleaching* dengan NaOH dan H_2O_2 . Menurut Rambabu et al (2016), panjang gelombang sekitar 1500 cm^{-1} pada serat mewakili ikatan C-H cincin aromatik pada lignin.

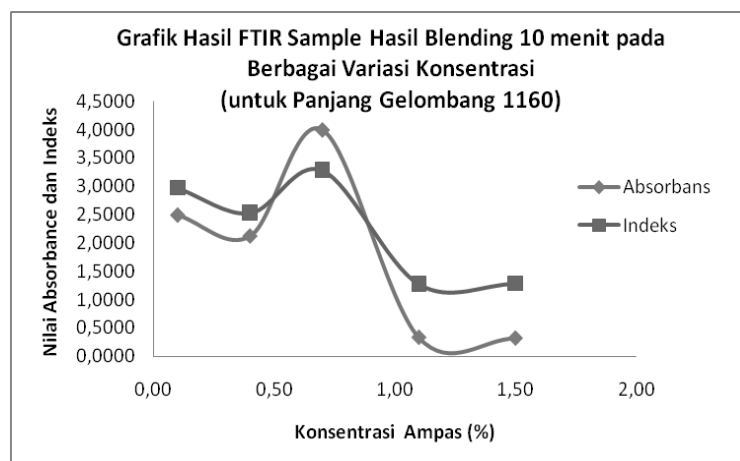
Sebagian besar *absorbance* dan indeks semakin berkurang nilainya seiring dengan bertambahnya *treatment* yang dilakukan. Salah satu contohnya yaitu pada ikatan C-H *bend* dengan panjang gelombang 1375-1360 cm^{-1} . Ikatan ini nilainya semakin kecil setelah dilakukan *bleaching* H_2O_2 sebanyak 2 kali. Ini menjadi bukti bahwa keberadaan lignin di dalam ampas semakin berkurang. Beda halnya dengan puncak 1160 cm^{-1} (puncak ikatan C-O-C *asymmetrical*). Puncak tersebut mengalami kenaikan nilai indeks setelah 4 kali *treatment* dengan NaOH, yaitu dari yang sebelumnya 1,1423 menjadi 1,2565. Ini menandakan bahwa telah terjadi pemutusan ikatan antara selulosa dan lignin akibat pemisahan hemiselulosa dari ampas. Selain itu, tidak ditemukannya lagi puncak 1728,22 cm^{-1} pada ampas yang telah melalui proses *treatment* dengan NaOH. Ini mengindikasikan bahwa hemiselulosa telah dipindahkan dari ampas. Dengan terlepasnya senyawa ini, maka selulosa akan lebih mudah dipisahkan dari lignin. Apalagi mengingat sifat lignin yang cenderung mudah larut dalam air. Sementara itu, penghilangan lignin terjadi pada ampas yang telah melewati proses *bleaching* H_2O_2 . Setelah melalui proses ini, hasil IR menunjukkan hilangnya puncak 1512,19 dan 1249,87 yang mewakili ikatan C-C aromatic dan C-C, C-O, C=O (G ring) pada lignin. Hilangnya lignin juga diperkuat oleh puncak 1160 cm^{-1} yang mengalami penurunan indeks dari 1,1423 menjadi 1,1332. Sementara itu, untuk pembentukan selulosa telah dimulai sejak *pre-treatment* dengan NaOH. Bukti dari terbentuknya senyawa selulosa bebas ini ialah munculnya puncak baru pada panjang gelombang 1061 dan 897 cm^{-1} . Puncak-puncak ini merupakan perwakilan ikatan C-O dan C-H pada selulosa (Rambabu et al, 2016). Besarnya *absorbance* tergantung pada persen kandungan selulosa pada setiap sampel. Sementara untuk variasi konsentrasi, waktu *blending* dibuat tetap yaitu selama 10 menit. Berikut data gambar spektra FTIR yang didapatkan:



Gambar 2. Spektra hasil *Blending* pada Berbagai Variasi Konsentrasi

Pada gambar di atas dapat dilihat bahwa spektra masing-masing tiap konsentrasi hampir mirip. Perbedaan mulai terlihat pada saat konsentrasi nanoselulosa 1,1%, terutama untuk puncak ikatan O-H dengan panjang gelombang sekitar 3600-3300 cm^{-1} . Pada konsentrasi ini, puncak O-H, dan C-C, C-OH, C-H *ring* tidak terlalu melebar. Hal ini

menunjukkan adanya perubahan jenis selulosa pada sampel hasil *blending* dengan konsentrasi 1,1%. Dengan semakin tingginya konsentrasi, tidak menjamin hasil selulosa yang dihasilkan semakin banyak. Dari tabel di atas, nilai indeks tertinggi pada setiap ikatan kebanyakan terdapat pada konsentrasi 0,4 dan 0,7%. Namun demikian, puncak 1160 cm^{-1} yang merupakan puncak utama untuk struktur selulosa paling tinggi terdapat pada konsentrasi 0,7% yang ditunjukkan dengan nilai indeks sebesar 3,2853. Perbandingan nilai indeks antar variasi konsentrasi dapat dilihat pada grafik berikut:



Gambar 3. Grafik Nilai Indeks Hasil Blending pada Berbagai Konsentrasi

Ikatan O-H tertinggi ada pada konsentrasi 0,4%. Dari spektra FTIR pada sampel 0,4%, ikatan O-H muncul pada panjang gelombang $3336,03\text{ cm}^{-1}$ dan puncak tersebut merupakan puncak dari selulosa I. Hal ini sesuai dengan teori yang dikemukakan oleh Mizi Fan et al (2012). Menurutnya, selulosa I akan muncul pada spektra FTIR dengan panjang gelombang sekitar $3340\text{--}3375\text{ cm}^{-1}$. Bila dibandingkan dengan konsentrasi 0,7%, indeks ikatan O-H pada panjang gelombang ini masih di bawah nilai indeks konsentrasi 0,4%. Ini berarti bahwa selulosa I lebih banyak dihasilkan pada hasil *blending* dengan konsentrasi 0,4%. Salah satu kelebihan selulosa I dibandingkan dengan selulosa jenis lainnya, yaitu selulosa II, III dan IV, terdapat pada hasil modulus elastis materialnya. Kontturi (2015) menyebutkan bahwa material yang mengandung selulosa I memiliki modulus elastis yang lebih tinggi dibandingkan dengan material yang mengandung jenis selulosa lainnya. Oleh karena itu, dari penelitian ini diharapkan akan didapatkan selulosa I, sehingga target material dengan sifat mekanis yang baik, salah satunya yaitu modulus elastis tinggi, dapat dicapai sesuai dengan yang diinginkan.

Hasil *blending* yang menghasilkan jenis selulosa selain selulosa I ialah mulai dari konsentrasi 1,1%. Pada konsentrasi ini terbentuk selulosa II yang ditandai dengan pergeseran puncak O-H ke panjang gelombang $3322,53\text{ cm}^{-1}$ dengan indeks turun cukup besar sebesar 1,1043, bila dibandingkan dengan konsentrasi 0,7%. Penurunan ini merupakan salah satu indikasi terbentuknya struktur kristalin selulosa II yang merupakan salah satu dari 4 *polymorphic crystalline structure* pada selulosa. Selulosa II umumnya terbentuk akibat reaksi antara NaOH dengan selulosa I, dimana selulosa terstabilisasi oleh 2 jaringan ikatan hidrogen intermolekuler $\text{O}_6\text{--H--O}_2$, dan $\text{O}_5\text{--H--O}_3$. Tahapan pembentukan selulosa II diawali dengan terbentuknya struktur *intermediate* antara selulosa I dan selulosa II yang disebut dengan Na-selulosa I (Gwon et al, 2010). Ikatan O-Na pada Na-selulosa I dalam prosesnya yang berkelanjutan akan putus dan ion Na^+ akan dibawa oleh air, sehingga kemudian selulosa akan membentuk ikatan hidrogen baru dalam suatu struktur kristalin baru yang dikenal dengan selulosa II (Yue et al, 2013).

Pembuktian struktur kristalin dan jenis selulosa yang dihasilkan dapat dilakukan melalui analisis XRD. Hasil XRD juga memperlihatkan bahwa derajat kristalin tertinggi untuk selulosa I terdapat pada sampel 0,7%. Data hasil derajat kristalin dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel 1. Derajat Kristalin Sampel pada Berbagai Konsentrasi

Konsentrasi (%)	% Derajat Kristalin
0,4	76,68
0,7	83,75
1,1	93,42
1,5	79,17

Tabel di atas menunjukkan bahwa derajat kristalin tertinggi ada pada sampel 1,1%. Namun bila ditinjau dari peak 2-theta hasil XRD sampel 1,1%, selulosa yang dihasilkan tergolong ke dalam jenis selulosa II. Ibrahim (2015) menyebutkan bahwa struktur selulosa I diwakili oleh peak theta $14,6^\circ$, 18° dan 22° . Ketiga peak ini tidak terdapat



pada hasil XRD sampel 1,1%, sehingga dapat dikatakan bahwa selulosa yang terbentuk bukan lagi selulosa II. Beda halnya dengan konsentrasi lainnya yang menunjukkan ke arah pembentukan selulosa I. Oleh karena target material yang ingin dihasilkan nantinya ialah material yang mempunyai kelebihan dari segi sifat mekanis, maka dapat dikatakan bahwa konsentrasi 0,7% adalah konsentrasi terbaik yang dihasilkan pada penelitian ini.

Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, hasil FTIR menunjukkan adanya perubahan gugus pada ampas sebelum dan setelah *treatment*, baik itu dari proses *bleaching* maupun *blending*. Setelah *treatment*, dihasilkan selulosa bebas dengan kandungan lignin dan hemiselulosa yang sudah sangat berkurang konsentrasinya. Dari hasil *blending*, konsentrasi 0,7% dihasilkan kandungan nano selulosa yang lebih banyak dibandingkan dengan konsentrasi lainnya. Begitu pula dengan struktur kristalin yang dihasilkan. Pada konsentrasi ini, struktur kristalin selulosa I dihasilkan dengan derajat keristalin yang tinggi. Ini juga terbukti dari hasil analisis XRD-nya. Dari semua hasil analisis tersebut dapat disimpulkan bahwa proses *blending* dengan menggunakan blender rumah tangga dapat dijadikan salah satu alternatif dalam menghasilkan nano selulosa dengan peralatan yang sederhana. Namun demikian, masih perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk variasi konsentrasi yang lain dan juga perlu dilakukan uji–uji lainnya untuk sifat mekanis dan kimia dari nano selulosa yang dihasilkan, sehingga dapat mengetahui kelayakan metode ini. Selain itu, juga perlu dilakukan estimasi biaya sebelum dilakukan *scale up* untuk skala industri.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Direktorat Jenderal Penguatan Riset dan Pengembangan Kementerian Riset, Teknologi dan Pendidikan Tinggi yang telah membiayai penelitian ini melalui Program Penelitian Kerjasama Antar Perguruan Tinggi (PEKERTI), PT Madu Baru atas penyediaan ampas Tebu, serta kepada Jurusan Teknik Kimia dan Teknik Mesin, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada dan Program Studi Teknik Kimia dan Teknik Mesin, Politeknik LPP Yogyakarta.

Daftar Pustaka

- Gwon J.G, Lee S.Y, Doh G.H, Kim J. Characterization of Chemically Modified Wood Fibers Using FTIR Spectroscopy for Biocomposites. *Journal of Applied Polymer Science* 2010; 116: 3212-3219, 1097-4628.
- Ibrahim I, Hussin S, Al-Obaidi Y. Extraction of Cellulose Nano Crystalline from Cotton by Ultrasonic and Its Morphological and Structural Characterization. *International Journal of Materials Chemistry and Physics*. American Institute of Science 2015; 1: 99-109.
- Kontturi E. Cellulose: Structure, Morphology and Crystalline Forms. Chem-E2140. Aalto University. 2015.
- Mizi Fan, Dasong Dai, Biao Huang. Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibres. *Intechopen*.
- Rambabu N, Panthapulakkal S, Sain M, Dalai A.K. Production of Nanocellulose Fibers from Pinecone Biomass: Evaluation and Optimization of Chemical and Mechanical Treatment Conditions on Mechanical Properties of Nanocellulose Films. *Industrial Crops and Products* 2016; 83: 746-754.
- Yue Y, Han G, Wu Q. Transitional Properties of Cotton Fibers from Cellulose I to Cellulose II structure. *Bioresources* 2013; 8(4): 6460-6471.
- Yue Y. A Comparative Study of Cellulose I dan II and Fibers and Nanocrystals. Louisiana State University. 2011.





Lembar Tanya Jawab

Moderator : Yusi Prasetyaningsih (Politeknik TEDC Bandung)
Notulen : Diana Sulistyo (UPN "Veteran" Yogyakarta)

- Penanya : Yusi Prasetyaningsih (Politeknik TEDC Bandung)
- Pertanyaan :
 - Produk akhir apa yang dihasilkan pada penelitian ini?
 - Mengapa NaOH yang digunakan sekitar 5%, apa dasarnya?
- Jawaban :
 - Bahan material coating, dimana nanoselulosa sebagai penguat resinnya.
 - Dari hasil uji coba tahun I bahwa untuk mendapatkan nano selulosa yang maksimal harus melalui berbagai tahapan treatment. Melalui proses bleaching dan blending dengan jumlah treatment tertentu dan dengan konsentrasi bahan kimia tertentu. Hasil maksimum yang dihasilkan adalah pre-treatment dengan NaOH 5%.